

DIALOG(R)File 351:Derwent WPI
(c) 2001 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

001799029

WPI Acc No: 1977-19996Y/197712

Electrophotographic material with charge transport layer - comprising triaryl pyrazoline and mixt. of acrylic and polycarbonate resins as binder

Patent Assignee: IBM CORP (IBMC)

Number of Countries: 008 Number of Patents: 010

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
BE 848206	A	19770301				197712 B
DE 2654873	A	19770623				197726
US 4030923	A	19770621				197726
JP 52072231	A	19770616				197730
FR 2334985	A	19770812				197739
BR 7608364	A	19771206				197801
JP 79007580	B	19790407				197918
CA 1066106	A	19791113				197948
DE 2654873	C	19830120				198304
IT 1072628	B	19850410				198538

Priority Applications (No Type Date): US 75639795 A 19751211

Abstract (Basic): BE 848206 A

An electrophotoconductive material comprises a conductive substrate, a charge generating layer and a charge transporting layer. The latter layer contains a tri-aryl pyrazoline cpd. of formula (I): (where n is 0 or 1 and A, A' and A2 are aryl), and a binder mixt. (II) of 3-25, pref. 15-25 wt.%, acrylic resin and 75-97, pref. 75-85 wt.% polycarbonate.

The binder mixt. pref. contains 40-50 wt.% (I) and 50-60 wt.% (II). (I) is pref. 1-phenyl-3-(p-diethylaminostyryl)-5-(p-diethyl-amino-phenyl)-pyrazoline.

Use of the acrylic resin in the binder compsn. prevents or produces formation of an adhering film of toner particles on the photoconductive surface, reinforces the surface and makes it wear resistant.

THIS PAGE BLANK (USPTO)



優先権主張
 国名 アメリカ合衆国
 出願 1975年12月11日
 出願番号 第639795号

特許 昭和 51年12月10日

特許庁長官 片山石郎 殿

1. 発明の名称
 コウトン・セイデン・カテンソウ・ソセイブ
 光導電性電荷伝送組成物

2. 発明者
 住 所 アメリカ合衆国コロラド州ラブランド、
 ノドウ・リッジ1308番地
 氏 名 クネス・ディー・プレスリー

3. 特許出願人
 住 所 アメリカ合衆国10504、ニューヨーク州
 アーモンク(管地なし)
 名 称 インターナショナル・ビジネス・マシーンズ・コーポレーション
 (709)
 代表者 ジェイ・エイチ・グレイディー
 通 信 アメリカ合衆国

4. 代理人
 住 所 郵便番号 106
 東京都港区六本木三丁目2番12号
 日本アイ・ビー・エム株式会社
 T・J(代表)586-1111
 氏 名 弁護士 山本 仁 朗
 (6545)

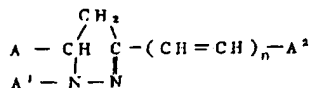


明 細 書

1. 発明の名称 光導電性電荷伝送組成物

2. 特許請求の範囲

(1) 下記構造式を有するトリ-アリアル-ピラゾリン化合物と、3乃至25重量部のアクリル樹脂及び7.5乃至77重量部のポリカーボネートから成る結合材混合物とを含むことを特徴とする、光導電性電荷伝送組成物。



(但し、上記構造式に於て、nは0又は1であり、そしてA、A'及びA²は各々アリアル基である。)

3. 発明の詳細な説明

本発明は多層電子写真像形成素子に於ける光導電性電荷伝送組成物に係り、更に具体的に言えば多層電子写真像形成素子の電荷伝送層に於てトリ-アリアル-ピラゾリン化合物とともに用いられる改良された結合材組成物に係る。

① 日本国特許庁

公開特許公報

① 特開昭 52-72231

③ 公開日 昭52.(1977) 6.16

② 特願昭 51-147890

② 出願日 昭51.(1976) 12.10

審査請求 有 (全10頁)

庁内整理番号

6715 27
 6791 27
 6655 57

② 日本分類

103 K11/
 103 K1/
 996J42

⑤ Int.Cl²

G03G 5/06
 H01L 31/0811
 G03G 5/04

識別
 記号

103

今日の殆どすべての電子写真複写方法に於ては、始めに光導電性絶縁表面を均一に帯電させそして該表面を光に対して選択的に曝すことによつて像が該表面上に形成される。光導電材の性質により、露光された表面部分が電気的に導電性にされ、その露光領域に於ける電荷が放電されて、静電潜像が形成される。この様にして形成された像は、キャリア及びこの分野に於て"トナー"として知られている検電材料を含む現像剤に接触させる方法の如き多数の手段の中の任意の手段によつて現像されて可視像にされる。

上記の現像を生ぜしめるために用いられ得る種々の電子写真像形成素子が従来技術に於て開示されている。実際に於て、電子写真像形成素子は基板上に於ける1つの均質な層であつても又は光導電性電荷発生材料の層及び他の材料の層を含む多層構造体であつてもよい。従来技術に於て、多層を含む電子写真像形成素子が多数開示されている。例えば、米国特許第3041166号明細は、絶縁性の光導電性重合体で被覆された無機のガラ

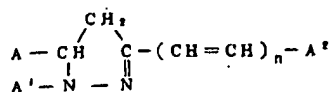
状セレン光導電体から成る多層構造体を開示している。米国特許第3165405号明細書は、酸化亜鉛と結合材との2層構造を用いている反射による像形成のための構造体を開示している。米国特許第3394001号明細書は上側及び下側が電子ドナー染料により被覆されている光導電材を担持している導電性基板を含む電子写真像形成素子を開示している。米国特許第3537906号明細書は基板と光導電性の気相付着されたセレンとの間に有機の光導電性絶縁層を含んでいる光導電性2重層を有している電子写真像形成素子を開示している。米国特許第3598582号明細書に於ては、支持基板上に配層されそして有機電荷転送材料の層で被覆された有機光導電性粒子の層を用いている、反射露光に適した複合感光装置が記載されている。より最近に於て、米国特許第3598582号明細書に記載されている如き、導電性基板と、電荷発生層と、有機電荷転送層とから成る複合構造体を用いている多数の技術が開示されている。それらの技術は例えば米国特許第3

713820号、第3725058号、第3824099号、第3837851号、第3839034号、第3850630号、及び第3898084号の明細書に開示されている。

従つて、特に有用な電子写真像形成素子は電荷転送層、電荷発生層、及び導電性基板とも言うべき層等から成る多層光導電体であることが従来技術に於て既に認識されている。例えばその様な光導電体を開示している前記米国特許第3837851号明細書に述べられている様に、多層光導電体に関する理論は正確には知られていないが、例えば電荷転送層が電荷発生層上に配層されそしてその電子写真像形成素子が電子で負に帯電されている状態に於て、電荷転送層は通常の写真複写機が光導電体を照射する光の領域に於て極めて低い吸収率を有しているため、光導電体表面に衝突した光は電荷転送層を通して電荷発生層へ伝達されそして電荷発生層へ伝達された光に曝されることにより電荷発生層はそれに応答して正孔及び電子の両者を発生するものと考えられる。電子は導電

性基板を経て流れるが、正孔は電荷発生層から電荷転送層を経てその表面へ転送されて、暗状態の下では容易に放電しない電子とそこで結合して表面電荷を中和させる。この様にして光導電体表面が露光されることにより、残された電荷のパターンが形成され、そのパターンが後に可視像にされ得る。

従つて、前述の様にそして前記米国特許第3837851号明細書に述べられている様に、多層光導電体に於ける光導電性は電荷の発生と電荷の転送との少くとも2つの段階を含んでいることが理解され得る。電荷の転送に関して、前記米国特許第3837851号明細書は、別個の電荷発生層とともに用いられた時特に有用であることが解つた電荷転送層は下記構造式を有する光導電性ピラゾリン化合物から形成された電荷転送層であることを開示している。



上記式に於て、 n は0又は1でありそして A 、 A' 及び A'' は各々アリール基である。上記米国特許明細書に於ては更に、材料が化学的にスチリル・ピラゾリンとして分類され得る場合である $n=1$ であることそして1つ又はそれ以上のアリール基が最も好ましくはこの分野に於て電子を与える基であると知られている基で置換されていることが好ましいと述べられている。それらの最も好ましい置換基はメトキシ、エトキシ、ジメチル・アミノ、ジエチル・アミノ、及び同種のものである。電荷転送層として上記のピラゾリン化合物が用いられる場合、それらはフィルムを形成し、従つて電荷転送層を形成するために単独で用いられ得るが、一般的には電荷転送層に機械的強度を与えるために結合材とともに用いられることが好ましい。

例えば米国特許第3527602号、第3549360号、第3684548号、及び第3770428号の明細書に開示されている様に種々のアクリル樹脂及びポリカーボネート等の多くの結合材が光導電体に於て一般的に有用であることが

知られており、又前記米国特許第3837851号明細に開示されている様にポリカーボネート、ポリエステル樹脂、ポリ塩化ビニリデン、及びポリスチレンが電荷転送層としてトリ-アリアル・ピラゾリン化合物を用いている多層光導電体に於て結合材として各々有用であることが知られているが、それらの結合材が従来技術に従つて導電性基板、電荷発生層、及び電荷転送層を含む多層光導電体に於て用いられたとき、形成された光導電体は、何ら結合材が用いられていない場合よりも良好な機械的特性を有してはいるが、その様な光導電体の実際に於ける使用を著しく限定する様な極めて大きな欠点及び問題点を示すことが観察された。

例えば、ポリカーボネート結合材のみがトリ-アリアル・ピラゾリン電荷転送層中に用いられたとき、光導電体の表面上にフィルムが形成されることが観察された。“トナー・フィルム”とも言うべきこのフィルムは静電荷を可視像にするために用いられるトナー材料が光導電体表面に付着す

ることによつて生じるものと考えられる。この様に光導電体表面に付着したトナー・フィルムは容易に除去されず、写真複写に於て条痕(streaking)を生ぜしめる。この様なフィルムは又光導電体の必要な感度に損失を生ぜしめそして光導電体の電気的特性を急激に低下せしめ、その結果その様な光導電体から得られる有用な複写の枚数を著しく限定する。更に、前記米国特許第3837851号明細書に述べられている様に、従来技術に於ては結合材は“機械的理由”のために用いられるべきであると説明されているが、ポリカーボネートのみが結合材として用いられたとき、光導電体表面は極めて柔かく、容易に損傷され、そして良好な写真複写を達成するために必要な平滑さをすぐに失つてしまうことが観察された。実際に於て、その電荷転送層の表面は比較的僅かな枚数の複写が行われただけですぐに摩耗してしまう。

同様に、アクリル樹脂結合材のみがトリ-アリアル・ピラゾリン電荷転送層中に用いられたときには、光導電体の表面上に透明なフィルムが極めて

て急速に形成されることが観察された。床用ワックスのフィルムに対比され得るその様な透明フィルムはテフロン(商品名)が付着することによつて生じるものと考えられ、そのテフロンは表面の清浄化に用いられるブラシ及びトナー・キャリア材料から付着され、光導電体の表面から容易には除去され得ない。この透明フィルムはトナー材料の付着によつて形成されるトナー・フィルムと同様に有害であり、又感度を低下させるとともに達成され得る有用な複写の枚数を限定する。又、アクリル樹脂がこの様にして用いられたときにも、写真複写に条痕の生じることが観察された。その条痕は、光導電体表面上に付着した透明フィルムにより該表面上に生じた同様な条痕によつて生じるものと考えられる。更に、電荷転送層にアクリル樹脂を使用した場合には、表面が極めて脆くなり、その様な光導電体が通常受ける取扱いに於てすら容易に亀裂を生じたり破壊されたりすることが観察された。

更に、上記のフィルム形成の問題は、光導電体

表面が曝される温度が高くなると更に大きくなる。従つて、単にフィルム形成の問題を克服し得るだけでなく、高温に於てもその様なフィルム形成の問題を充分に克服し得ることが望ましい。

従つて、多層光導電体の電荷転送層に於てトリ-アリアル・ピラゾリン化合物とともに使用されるに滴している、上記の欠点を克服する結合材組成物が必要とされている。本発明は多層光導電体とともに用いられる特定の改良された結合材組成物に係るものである。

次に、本発明について概略的に説明する。本発明に従つて、電荷転送層中に約3乃至25重量%のアクリル樹脂と約7.5乃至97重量%のポリカーボネートとから成る結合材混合物を用いることにより、上記の欠点が克服されて、改良された光導電特性及び改良された機械特性を有する多層電子写真像形成素子の達成されることが解つた。

本発明は又、電荷発生層、電荷転送層、及び導電性基板を含みそして電荷転送層はトリ-アリアル・ピラゾリン化合物と約3乃至25重量%の

クリル樹脂及び約7.5乃至9.7重量%のポリカーボネートから成る結合材混合物とを含んでいる多層光導電体に係る。これは、電子写真像形成素子を負に帯電させそしてパターン状に露光する工程を含む電子写真方法に於て用いられ得る。

本発明は更に、トリ-アリール・ビラズリン化合物と約3乃至2.5重量%のアクリル樹脂及び約7.5乃至9.7重量%のポリカーボネートから成る結合材混合物とを含む改良された光導電性電荷転送組成物に係る。

次に、本発明について更に詳細に説明する。如何なる所与の光導電性条件に於ても、活性の電荷転送材料の性質、更に具体的には結合材混合物と混合された活性の電荷転送材料の量、表面が曝される電荷レベル、トナー材料の性質、キャリアの性質等に或る程度依存して、導電性基板、電荷発生層、及び電荷転送層を含む多層電子写真像形成素子の電荷転送層に本質的に如何なる混合比のアクリル樹脂及びポリカーボネートが加えられても、著しく改良された結果の達成されることが解つた。

ボネートが約7.5乃至8.5重量%であることが好ましい。

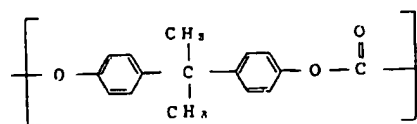
本発明による結合材組成物を形成する結合材混合物に用いられるアクリル樹脂化合物は、高い誘電耐力を有し、良好な耐熱特性を有し、そして以下に述べる結合材のための一般的必要条件を満たす、任意の適当なアクリル樹脂重合体又は共重合体或は置換された重合体又は共重合体でよい。光導電体に於て用いられるに適しているアクリル樹脂はこの分野に於て周知である。その様なアクリル樹脂の例としては、ポリ(メタクリル酸メチル)、ポリ(n-メタクリル酸ブチル)、ポリ(メタクリル酸イソブチル)等の如き、アクリル酸及びメタクリル酸の重合体並びにこれらの酸のエステル又はアクリロニトリル等が挙げられる。又、本発明に於て特に適当な樹脂は各々Rohm & Haas社製のアクリル樹脂であるA-10、A-101、A-11、A-21、A-21LV、A-30、B-44、B-48N、B-66、B-67、B-72、B-82、B-99、C-10LV、F

従つて、約3重量%という僅かな量のアクリル樹脂の添加、即ち約3重量%のアクリル樹脂と約9.7重量%のポリカーボネートとから成る結合材混合物を加えることによつて例えばポリカーボネート結合材のみが活性の電荷転送材料とともに含まれている電荷転送層等の従来技術による組成を有する電荷転送層が本来有している上記欠陥の殆ど全てを充分克服することが観察された。この様な改良は電荷転送層の表面に於けるトナー・フィルム形成の程度に関して特に効果的である。

前述の如く、如何なる所与の光導電性条件に於ても、任意の相対比のアクリル樹脂とポリカーボネートとから成る結合材混合物を用いた場合には唯一の結合材のみを用いた場合よりも改良された結果が達成されるが、その結合材混合物が約3乃至2.5重量%のアクリル樹脂と約7.5乃至9.7重量%のポリカーボネートとから成る場合に於て特に良好な結果の達成されることが観察された。アクリル樹脂とポリカーボネートとの相対量はアクリル樹脂が約1.5乃至2.5重量%そしてポリカー

ボネートが約7.5乃至8.5重量%であることが好ましい。

重合体又は共重合体或は置換された重合体又は共重合体であるか否かに拘らず、結合材組成物のポリカーボネート化合物も光導電体のための結合材として適当であることが知られている多数の化合物から選択され得る。例えば、ポリ(4,4'-イソプロピリデン-ジエンジフェニレン・カーボネート)及びGeneral Electric社製のポリカーボネートであるLexan-125が用いられ得る。特に良好な結果は、ビスフェノールA及びホスゲンから誘導された重合体のポリカーボネートであるMobay Chemical社製のMerlon-50及びMerlon-60(商品名)を用いて達成される。Merlon-60は次の構造式を有している。



一般的に、選択された化合物が本発明による混合物に於ける適当な結合材として働くならば、如何なるアクリル樹脂又はポリカーボネートを選択してもよい。即ち、選択された化合物は他の結合材及び該化合物が混合される光導電材と適合しなければならない。又、該化合物は、電荷転送層中に配置された静電荷が電荷転送層上に静電潜像又は電荷が形成及び保持され得ない様な速度で結合材により伝達されてしまわない程度に絶縁体であるべきである。選択された結合材は又下の層に付着し、光導電材のための分散媒体となり、そしてそれと化学的に反応しないものであるべきである。

本発明によるアクリル樹脂とポリカーボネートとから成る結合材混合物は任意の光導電材とともにそして任意の光導電性媒体中に於て有利に用いられ得るが、上記の結合材混合物が多層光導電体の電荷転送層に於ける電荷転送材料とともに用いられたとき特に良好な結果の達成されることが解つた。電荷転送層は、別個の電荷発生層中に生じた電荷を転送することが出来そして電荷発生層の特

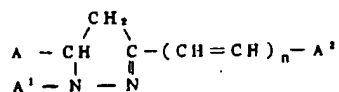
殊な性質にも拘らず電荷の注入を受けることが出来る即ち電荷が別個の電荷発生層と電荷転送層との界面を横切ることを可能にする透明な光導電層である。この様に別個の層として設けられる場合の電荷転送材料に必要とされる主な条件は電子写真像形成素子が曝される波長領域に於て実質的に透明でなければならないということである。しかしながら、透明な基板を有する多層構造体が用いられる場合には、光が電荷転送材料の層を通過する必要がなく基板を通して露光が達成され得る。この場合には、電荷転送層は使用される波長領域に於て非吸収性（透明）である必要はない。電荷転送材料が完全に透明である必要のない他の例も又当業者に周知である。

活性の電荷転送材料は、光導電性電荷発生材料の特殊な性質及び有効性並びに像形成素子の表面上のコロナ電荷に応じて電子転送材料又は正孔転送材料であり得る。周知の典型的な正孔転送材料には、カルバゾール、N-エチル・カルバゾール、N-イソプロピル・カルバゾール、N-フェニル

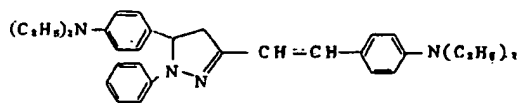
カルバゾール、テトラフェニルビン、1-メチルビン、ペリレン、クリセン、アントラセン、テトラセン、2-フェニル・ナフタリン、アザビン、フルオレン、フルオレノン、1-エチルビン、アセチル・ビン、2、3-ベンゾクリセン、3、4-ベンゾビン、1、4-ジプロモビン、フェニル・インドール、ポリビニル・カルバゾール、ポリビニル・ビン、ポリビニル・テトラセン、ポリビニル・ペリレン、及びトリ・アリアル・ビラゾリン等がある。適当な電子転送材料には、2、4、7-トリニトロ-9-フルオレノン(TNF)、3、4、5、7-テトラニトロ-9-フルオレノン、ジニトロアントラセン、ジニトロアクリジン、テトラシアノビン、及びジニトロアントラキノン等がある。更に、例えばカルバゾール、テトラセン、ビン、又は2、4、7-トリニトロ-9-フルオレノンの如き適当な芳香族又は複素環式電荷キャリア転送材料を含む部分を有する重合体はすべて活性の電荷転送材料として働く。ポリエステル、ポリシロキサン、及びエポキ

シド並びにブロック、ランダム、又はグラフト重合体（芳香族部分を含む）は電荷転送材料として用いられ得る種々の型の重合体の例である。

本発明に於ては、電荷転送層の電荷転送材料はトリ・アリアル・ビラゾリン化合物であることが好ましい。好ましい電荷転送層のトリ・アリアル・ビラゾリン化合物は次の構造式を有している。



上記式に於て、nは零又は1でありそしてA、A'及びA''は各々アリアル基である。これらの化合物については、前記米国特許第3837851号明細書に於て更に詳細に述べられている。本発明による結合材組成物と混合されるトリ・アリアル・ビラゾリン化合物として次の構造式を有する1-フェニル-3-[p-ジエチルアミノステリル]-5-[p-ジエチルアミノフェニル]-ビラゾリンが用いられた場合にも、特に良好な結果が達成された。



同様に、電荷転送層に於てトリ-アリアル・ピラゾリン化合物は結合材混合物に対して任意の比率で用いられ、必要とされる唯一の条件は光導電体が所望の光導電特性及び機械的特性を有していることであり、従つて必要な電荷転送機能を与えそして結合材混合物の完全性を損わない任意の相対量が用いられ得る。しかしながら、約40乃至50重量部のトリ-アリアル・ピラゾリン化合物及び約50乃至60重量部の結合材混合物が用いられたとき特に良好な結果の達成されることが解り、従つて本発明の実施に於ては同一の比率を用いることが好ましい。

本発明による電荷転送材料は広範囲の別個の電荷発生層のいずれにも充分適合し得る。例えば、電荷発生層はセレン又はセレンの合金であり得る。それは又、周期表の第Ⅱ族及び第Ⅳ族からの化合

物的な例としては、クロム、アルミニウム、黄銅、ステンレス鋼、銅、亜鉛、及びそれらの合金から製造された金属プレート、電気的導電性を有する様に処理された紙等が挙げられる。特に良好な結果はアルミニウム化されたMylar（商品名—ポリエチレンテレフタレート）又は導電性の重合体から製造されたプラスチック・フィルムを用いることによつて達成された。所望であれば、導電性基板自体を、導電性基板と該導電性基板に付着されるべき電荷発生層又は電荷転送層との間に於て接着剤として働く接着材で被覆してもよい。

前記米国特許第3837851号明細書に於て説明されている様に、多層光導電体の形成に於て電荷転送層が電荷発生層の上にあるか又は下にあるかは何ら問題にならないが、一般的には電荷発生層が導電性基板と電荷転送層との間に配置され、即ち電荷転送層が上に配置されることが好ましい。電荷転送層がこの様に電荷発生層の上に配置され

物、例えば硫セレン化カドミウム、の如き他の有機材料であつてもよく、又は例えばジスアゾ化合物、フタロシアニン化合物、或は米国特許第3887366号明細書に示されている如きシタニン化合物等の有機材料であつてもよい。電荷発生層がスクアリン酸から誘導されたメチン染料である化合物を含むときに特に良好な結果が達成された。この種の材料については前記米国特許第3824099号明細書に於て論じられている。本出願人により提案されている様に、モノアゾ、ジスアゾ及びスクアリン酸誘導体の材料を用いても同様に良好な結果が達成された。例えば前記米国特許第3850630号明細書に開示されている様に、電荷を発生することが知られている多数の他の化合物も又用いられ得る。

任意の適当な導電性基板が本発明による系に於て用いられ、その主な機能は支持体として働くとともに構造体の他の部分により該基板に与えられた電荷を流すための電気的導電性を有する接地面として働くことである。その様な導電性基板の奥

基板との間に配置される場合には、電子写真像形成素子は正に帯電されるべきである。

種々の別個の層に関連する多層構造体の組成及び構造は本発明の要旨ではなく、例えば前記米国特許第3837851号明細書に示されている様に又は本出願人により提案されている様に当業者に周知である。

光導電材即ちトリ-アリアル・ピラゾリン化合物と結合材混合物とから成る電荷転送層は形成された後に任意の多くの容易に確認可能な手段によつて支持体上に付着されてもよい。トリ-アリアル・ピラゾリン化合物と結合材混合物とはポイント攪混ぜ機の如き多数知られている従来の混合技術の任意のものにより液状溶媒中に任意の順序でそして任意の温度、好ましくは溶解度に関して有利な温度に於て相互に良好に混合されることが解つた。又は、始めに結合材混合物を溶媒中に溶解してから、それにトリ-アリアル・ピラゾリン化合物を加えてもよい。それから、形成された電荷

・ブレード被覆、フロー被覆、電気的被覆、Mayerバー引下げ被覆(Mayer bar drawdown)、逆ローラ被覆、メニスカス被覆等を含む任意の周知の塗布又は被覆方法によつて支持体上に溶液状態で被覆され得る。溶媒は電荷転送組成物を所望の被膜の成分迄薄くするに充分な比率及び量で加えられ、余分な溶媒は後でその層を適度の熱に曝すことにより除かれ、この加熱は又被膜を乾燥及び定着させる効果を有する。乾燥の温度及び時間は容易に確認可能であり、それらは選択された特定の溶媒及び結合材混合物の性質に依る。本発明に従つて電荷転送層を形成するために選択される溶媒には、ベンゼン、トルエン、アセトン、2-ブタノン、例えば塩化メチレン及び塩化エチレン等の塩素化炭化水素、例えばテトラヒドロフラン等のエーテルの如き多数の溶剤又はそれらの溶剤の混合物等がある。電荷転送層はテトラヒドロフラン溶液から溶液状態で被覆されることが好ましいことが解つた。所望であれば結合材の溶液に湿潤剤を加えてもよく、湿潤剤の効果及び選択は当業者により容易に確認さ

れる。

電荷転送層の厚さは湿潤状態に於ても又は乾燥状態に於ても厳密さを要求されるものではなく、乾燥状態に於ては約1乃至100 μ の範囲に亘り得る。この範囲外の厚さも適しているが、乾燥時の被膜が約5乃至30 μ の厚さを有していることが好ましい。所望であれば、この様にして形成された電荷転送層上に任意の適当な保護被膜を付着してもよい。

次に、幾つかの例を示して本発明について更に詳細に説明する。それらの例は、トリ-アリール・ピラゾリン電荷転送層がアクリル樹脂とポリカーボネートとから成る結合材混合物を含んでいる場合に達成される新規な改良された光導電特性及び機械的特性を明確に示している。

以下に示す例の幾つかは本発明による好ましい混合比を有する結合材について特に示されているが、電荷転送層が塗られる光導電性条件に応じて、本質的に如何なる混合比のアクリル樹脂とポリカーボネートとから成る結合材混合物でも改良され

た結果を生じるために有利に用いられ得ることが本発明に関する経験から示されたことを理解されたい。従つて、これらの例は単に本発明を説明するために示されたものであつて本発明を何ら限定するものではなく、本発明の要旨及び範囲を逸脱することなく多くの変形が可能である。

例 1

25重量%のアクリル樹脂と75重量%のポリカーボネートとから成る結合材混合物を含みそして電荷転送材料及び結合材混合物に蒸づいて50重量%の活性の電荷転送材料を含む多層光導電体の電荷転送層が次の様にして形成された。22 L 入りの攪拌器付丸底フラスコ中にテトラヒドロフラン(THF)8000 g と、Dow Corning社製の湿潤剤であるSilicon Fluid DC-200(商品名)2.3 g と、Rohm & Haas社製のアクリル樹脂であるメタクリル酸メチルA-11(商品名)290 g が加えられる。A-11アクリル樹脂は先に攪拌及び加熱され乍らトルエ

ン中に25重量%に溶解されている。それから、微しく攪拌され乍ら、その混合物中にMuhay社製のポリカーボネートであるMerlon-60(商品名)870 g が加えられそしてすべてのMerlon-60が溶解される迄その混合物が攪拌される。この溶液に、活性の電荷転送材料である1-フェニル-3[*p*-ジメチルアミノステリル]-5-[*p*-ジメチルアミノフェニル]-ピラゾリン(DEASP)1160 g が加えられ、すべてのDEASPが溶解される迄その混合物が攪拌される。このとき、その溶液は100rpmで動作されている1 ϕ ブルツクフィールド・スピンドルを用いて所望の粘度即ち76cpsに調節される。

それから、この様にして形成された溶液が、以下に説明される様に先に基板上に一連の層として形成されている多層構造体上にメニスカス被覆された。1表面上にアルミニウム被膜を有する厚さ0.076mmのMylar(商品名-ポリエチレンテレフタレート)が導電性基板として用いられた。アルミニウム被膜により導電性の基板が達成され

る。導電性蒸板のアルミニウム表面上にポリエステル接着剤が被覆された。その接着剤層上に、約50重量%：25重量%：25重量%の比率のテトラヒドロフラン／エチレンジアミン／ブチルアミン中に於ける約0.5重量%の染料溶液からクロルジアン・ブルーの電荷発生層が溶液状態で被覆された。その電荷転送層は乾燥時に略2乃至3 μ の厚さになる様に被覆された。この多層構造体上に前述の溶液がメニスカス被覆されそして略10乃至30 μ の厚さになる様に炉中で乾燥された。

それから、この様にして形成された光導電素子は、表面上に形成されるトナー・フィルムとの配合を測定するためにテストされる。そのテスト方法は次の様にして行われる。即ち、光導電素子がコロナ放電により約800ボルトの電位迄負に帯電され、転送電流が略175 μ Aに調節される。転送電流は、電源からコロナ・ハウジングに流れる電流を差引いて得られる電流である。約24℃の周囲温度及び50%の相対湿度が維持される。それから、帯電された素子が表面上に静電潜像を

形成する様にパターン状に露光された後、約0.1cmの機械的間隙を流速58g/cm/秒で通過する正に帯電されたトナー材料に対して光導電性表面を曝すことによつて露光された表面が磁気ブラシで現像される。

光導電性表面からトナー材料を除去しそして任意の所定の枚数の複写を行うために上記操作をこの例に於ては1000回反復した後、光導電性表面上に形成されて残っているトナー・フィルムの場合が次の様にして決定された。露光される前に、新しく製造された光導電素子が、その様な未露光状態の素子からの光の反射率を測定するために、光電池により或る既知の位置に於て28cmの長さ方向に走査された。この測定は自動プロット・グラフ上に基本線を生じた、それから、光導電素子がパターン状に露光されそして特定の枚数の複写が行われた後、同様に28cmの長さ方向に走査されることにより同一の位置に於て再び反射率が測定された。この後の測定は自動プロット・グラフ上に第二の線を生じ、それらの2本の線の相

違が測定されそして平方センチメートルに換算された。この測定された平方センチメートルで表わされた相違が上述の方法により先に決定されている116 cm^2 に相当する許容され得るトナー・フィルムの形成のレベルと比較された。従つて、この様なレベルはこの特定の光導電性条件に於ける基準点として用いられる。

上記工程の後、10000枚の複写が行われた後に観察されたトナー・フィルムの全 cm^2 は65 cm^2 であつた。

例 2

光導電性表面上に流されたトナー材料の量が68g/cm/秒であつたこと以外は同様にして例1が反復された。7500枚の複写が行われた後に観察されたトナー・フィルムの全 cm^2 は77 cm^2 であつた。

例 3

転送電流が100 μ Aに設定された以外は同様

にして例2が反復され、15000枚の複写が行われた後に観察されたトナー・フィルムの全 cm^2 は71 cm^2 であつた。

例 4

転送電流が125 μ Aに設定され、光導電性表面上に流されたトナー材料の量が71g/cm/秒であり、そして周囲温度が相対湿度8%に於て32℃に上げられた以外は同様にして例1が反復された。9000枚の複写が行われた後に観察されたトナー・フィルムの全 cm^2 は71 cm^2 であつた。

例 5

転送電流が140 μ Aに設定されそして光導電性表面上に流されたトナー材料の量が65g/cm/秒であつた以外は同様にして同一の温度で例4が反復された。これらの条件の下に、12500枚の複写が行われた後に観察されたトナー・フィルムの全 cm^2 は155 cm^2 であつた。

例 6

15重量%のアクリル樹脂と85重量%のポリカーボネートとから成る結合材混合物を含みそして電荷転送材料及び結合材混合物に基づいて50重量%の活性の電荷転送材料を含む電荷転送層が、例1に示された工程に従つて8000gのTHF、2.3gのDC-200、トルエン中に25重量%に溶解された174gのA-11、986gのMerlon-60、及び1160gのDEASP電荷転送材料を混合することによつて形成された。

例1に従つて形成された光導電素子が例1のパラメータに於てトナー・フィルムを測定され、5000枚の複写が行われた後に観察されたトナー・フィルムの全 cm^2 は181 cm^2 であつた。

例 7

転送電流が100 μA に設定されそして導電性表面上に流されたトナー材料の量が68g/cm/秒であつた以外は例6が反復された。これらの条

件116gのA-11、548gのトルエン、1044gのMerlon-60、及び1160gのDEASP電荷転送材料を混合することによつて形成された。

光導電素子が形成されそして例1の場合と同じ条件の下に於てトナー・フィルムの形成がテストされた。5000枚の複写が行われた後に観察されたトナー・フィルムの全 cm^2 は219 cm^2 であつた。

例 10

結合材としてポリカーボネートのみを含み従つてアクリル樹脂を加えられていない電荷転送層が形成された以外は略同様に例1の工程が反復された。電荷転送層は50重量%のDEASPと50重量%のMerlon-60とから成り、結合材としてMerlon-60ポリカーボネートのみが用いられた。8000gのTHF、2.1gのDC-200、852gのトルエン、1120gのMerlon-60、及び1120gのDEASP電荷転送材料を混合することによつて溶液が形成された。こ

件の下に於て、5000枚の複写が行われた後に観察されたトナー・フィルムの全 cm^2 は200 cm^2 であつた。

例 8

転送電流が145 μA に設定され、光導電性表面上に流されたトナー材料の量が63g/cm/秒であり、そして温度が相対湿度8%に於て32℃に上げられた以外は同様に例6が反復された。これらの条件の下に於て、10000枚の複写が行われた後に観察されたトナー・フィルムの全 cm^2 は335 cm^2 であつた。

例 9

10重量%のアクリル樹脂及び90重量%のポリカーボネートから成る結合材混合物と電荷転送材料及び結合材混合物に基づいて50重量%の活性電荷転送材料とを含む電荷転送層が例1に於ける工程に従つて8000gのTHF、2.3gのDC-200、トルエン中に25重量%に溶解され

の溶液は例1の場合と同様に蒸板上にメニスカス被覆された。転送電流が100 μA に設定されそして光導電性表面上に流されたトナー材料の量が68g/cm/秒であつた以外は同様に例1のテストが行われた。これらの条件の下に於て、5000枚の複写が行われた後に観察されたトナー・フィルムの全 cm^2 は252 cm^2 であつた。

例 11

光導電性表面上に流されたトナー材料の量が77g/cm/秒であつた以外は同様に例10が反復された。これらの条件の下に於て、5000枚の複写が行われた後に観察されたトナー・フィルムの全 cm^2 は142 cm^2 であつた。

例 12

光導電性表面上に流されたトナー材料の量が17g/cm/秒であつた以外は同様に例10が反復された。これらの条件の下に於て、5000枚の複写が行われた後に観察されたトナー・フ

ルムの全 cm^2 は245 cm^2 であつた。

例 1 3

他のトナー材料混合物を用いて例10が反復された。5000枚の複写が行われた後に観察されたトナー・フィルムの全 cm^2 は252 cm^2 であつた。

例 1 4

更に他のトナー材料混合物を用いて例10が反復された。5000枚の複写が行われた後に観察されたトナー・フィルムの全 cm^2 は155 cm^2 であつた。

出願人 インターナショナル・ビジネス・マシーンズ・コーポレーション
復代理人 弁理士 山 本 仁 朗

5.添付書類の目録

- | | |
|--------------------|----------------|
| (1) 願 願 本 | 1 通 |
| (2) 明 細 | 1 通 |
| (3) 図 面 | 1 通 |
| (4) 委任状及訳文 | 各 1 通 |
| (5) 優先権証明書及訳文 | 各 1 通 |
| (6) 復代理人委任状 | 1 通 |
| (7) 出願審査請求書 | 1 通 |

6.代 理 人

住 所 郵便番号 106
東京都港区六本木三丁目2番12号
日本アイ・ビー・エム株式会社
Tel(代表)586-1111
氏 名 弁理士 小 野 廣 司
(6454)

